

01.10.2004

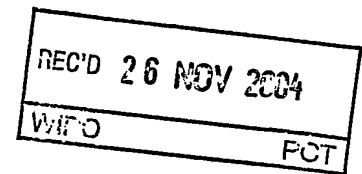
日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 9月26日
Date of Application:

出願番号 特願2003-335605
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP2003-335605]



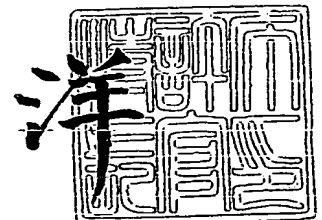
出願人 株式会社渡辺商行
Applicant(s): 都田 昌之

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年11月11日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願
【整理番号】 WAT066
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 H01L 21/31
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都中央区日本橋室町 4 丁目 2 番 1 6 号 株式会社渡邊商行内
 【氏名】 楠原 昌樹
【発明者】
 【住所又は居所】 山形県米沢市東 2 丁目 7 の 1 3 9
 【氏名】 都田 昌之
【特許出願人】
 【識別番号】 591277382
 【氏名又は名称】 株式会社渡邊商行
【特許出願人】
 【識別番号】 596005001
 【氏名又は名称】 都田 昌之
【代理人】
 【識別番号】 100088096
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 福森 久夫
 【電話番号】 03-3261-0690
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 007467
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 9719476
 【包括委任状番号】 9712116

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

液体若しくは粉体からなる原料溶液を分散したキャリアガスが上流側から供給される螺旋状の反応管と、該反応管内を通過する原料溶液を分散したキャリアガスを輻射熱で加熱して気化させるヒータとを備えることを特徴とする気化器。

【請求項 2】

前記ヒータが前記反応管の内側に配置されていることを特徴とする請求項 1 に記載の気化器。

【書類名】明細書

【発明の名称】気化器

【技術分野】

【0001】

本発明は、反応管内を通過する原料溶液を分散させたキャリアガスをヒータの輻射熱で気化するための気化器に関する。

【背景技術】

【0002】

【特許文献1】特開2000-216150号公報

【0003】

近年、電子デバイスの分野においては、回路の高密度化と共に電子デバイスの一層の小形化および高性能化が望まれており、例えば、トランジスタの組み合わせで情報の記憶動作を行うSRAM (Static Random Access read write Memory)、EEPROM (Electrically Erasable and Programmable Read Only Memory)、或いはトランジスタとキャパシタの組み合わせで情報の記憶動作を行うDRAM (Dynamic Random Access Memory) などのように、電子デバイスの機能を単に回路構成のみで達成するばかりではなく、機能性薄膜等の材料自体の特性を利用してデバイスの機能を実現することが有利になりつつある。

【0004】

そのため、電子部品に用いられる誘電体材料などの薄膜化が望まれている。このような材料を薄膜化する一つの方法として、CVD法がある。

【0005】

このCVD法は、PVD法、ゾルゲル法、その他の成膜法に比べて成膜速度が大きく、多層薄膜の製造が容易であるなどの特徴を有している。また、MOCVD法は、有機物を含む化合物を薄膜形成用の原料として用いるCVD法であり、安全性が高く、膜中のハロゲン化合物の混入がないなどの利点を有する。

【0006】

MOCVD法に用いられる原料は、一般的に固体粉末あるいは液体であり、これらの原料を容器に入れ、一般的に減圧中で加熱して原料を気化器で気化させた後、キャリアガスによって薄膜成膜装置内に送り込んでいる。

【0007】

図4は、このようなMOCVD法の気化システムのシステムブロック図（特許文献1参照）である。

【0008】

この図4において、10は複数の原料溶液等を気化器1へと供給する供給部である。

【0009】

供給部10は、キャリアガス（例えば、 N_2 又は Ar ）が充填されたガスボンベ11と、酸素が充填された酸素ボンベ12と、冷却水が貯留された貯水タンク13と、強誘電体薄膜用の原料（例えば、3種類の有機金属錯体として $Sr(DPM)_2$ 、 $Bi(C_6H_5)_3$ 、 $Ta(OC_2H_5)_5$ ）並びに溶剤としてTHF（テトラヒドロフラン）を貯留した複数のリザーブタンク14～17と、ガスボンベ11と気化器1とに接続されたガス供給管18と、酸素ボンベ12と気化器1とに接続された酸素供給管19と、貯水タンク13と気化器1とに接続された給水管20並びに配水管21と、リザーブタンク14～17と気化器1とに接続された液体供給管22～25と、リザーブタンク14～17とガスボンベ11とに接続された多岐管26とを備えている。

【0010】

ガス供給管18の経路中にはバルブ18aとマスフローコントローラ18bとが設けられ、酸素供給管19の経路中にはバルブ19aとマスフローコントローラ19bとバルブ19cとが設けられ、給水管20の経路中にはバルブ20aが設けられ、溶剤用の液体供

給管 22 の経路中にはバルブ 22 a とマスフローコントローラ 22 b とが設けられ、錯体用の液体供給管 23 ~ 25 の経路中にはバルブ 23 a ~ 25 a とマスフローコントローラ 23 b ~ 25 b とが設けられ、多岐管 26 の経路中にはバルブ 26 a ~ 26 d とエアパージ 26 e とバルブ 26 f とが設けられている。尚、液体供給管 23 ~ 25 は、液体供給管 22 と接続されるように分岐されており、それぞれバルブ 23 c ~ 25 c が設けられている。

【0011】

ガスポンペ 11 に充填されたキャリアガスは、ガス供給管 18 のバルブ 18 a を開くことにより、マスフローコントローラ 18 b に流量制御されて気化器 1 へと供給される。また、ガスポンペ 11 に充填されたキャリアガスは、多岐管 26 のバルブ 26 f 並びにバルブ 26 a ~ 26 d を開くと共にエアパージ用のバルブ 26 e の放出状態を閉とすることによりキャリアガスがリザーブタンク 14 ~ 17 に送り込まれる。これにより、リザーブタンク 14 ~ 17 内はキャリアガスにより加圧され、貯留された原料溶液はその溶液内に先端が臨んでいる液体供給管 22 ~ 25 内を押し上げられてマスフローコントローラ 22 b ~ 25 b により流量制御された後、気化器 1 の接続管 2 ~ 5 に輸送される。

【0012】

また、同時に、酸素ポンペ 12 からマスフローコントローラ 19 b で一定流量に制御された酸素（酸化剤）が気化器 1 へと輸送される。

【0013】

さらに、給水管 20 のバルブ 20 a を開くことにより貯水タンク 13 内の冷却水が気化器 1 の内部を循環して気化器 1 を冷却する。

【0014】

尚、接続管 27 ~ 30 は、図示例では気化器 1 の軸線方向に沿って並設されているが、実際には貯水タンク 13 からの給水管 20 又は配水管 21 と接続される接続管 31, 32 とで放射状に交互に設けられている。

【0015】

リザーブタンク 14 ~ 16 内に貯留された原料溶液は、溶剤である THF に常温で液体又は固体状の有機金属錯体 ($\text{Sr}(\text{DPM})_2$ 、 $\text{Bi}(\text{C}_6\text{H}_5)_3$ 、 $\text{Ta}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$) を溶解しているため、そのまま放置しておくとも THF 溶剤の蒸発によって有機金属錯体が析出し、最終的に固形状になる。従って、原液と接触した液体供給管 23 ~ 25 の内部がこれによって閉塞されることを防止するため、成膜作業終了後の液体供給管 23 ~ 25 内及び気化器 1 内をリザーブタンク 17 内の THF で洗浄すればよい。この際の洗浄は、マスフローコントローラ 23 b ~ 25 b の出口側から気化器 1 までの区間とし、作業終了後にリザーブタンク 17 内に貯留された THF で洗い流すものである。

【0016】

図 3 は、気化器 1 の要部の構成を示す断面図である。この図 3 において、気化器 1 は、ガス供給管 18 が接続される分散器 2 と、分散器 2 の下流側に連続して接続された反応管 3 と、反応管 3 の周囲を覆うヒータ 4 とを備えている。

【0017】

分散器 2 は、ガス供給管 18 と同軸上に位置するガス通路 5 を有する。このガス通路 5 の始端上流口 5 a と終端噴射口 5 b との間には、各接続管 27 ~ 30 の先端が臨んでおり（図では対向配置された接続管 28, 29 のみ図示）、これによりリザーブタンク 14 ~ 16 内に貯留された原料溶液がこのガス通路 5 内に供給可能となっている。また、分散器 2 には、接続管 31, 32 に連通して貯水タンク 13 内の冷却水が循環するための冷却経路 6 が形成されている。さらに、分散器 2 には、ガス供給管 18 の始端上流口 5 a よりも上流側に一端が位置すると共に終端噴射口 5 b に他端が位置するロッド 7 と、このロッド 7 の他端を支持するピン 8 とを備えている。尚、ロッド 7 の一端はガス供給管 18 の端部付近に設けられたピン 9 により保持されている。

【0018】

ヒータ 4 は、反応管 3 を略全長に跨って包囲する円筒形状のセラミックヒータ若しくは

螺旋状に形成されたものが使用されている。

【0019】

このような構成においては、分散器 2 の内部に穴を貫通し、その穴の軸線と同軸上に位置するように、穴の内径 (4.50 mm) のよりも小さな外径 (4.48 mm) を有するロッド 7 を埋め込む。分散器 2 とロッド 7 との間に形成された空間によりガス通路 5 が形成される。ロッド 7 はビス 9 により位置決め状態で保持されている。

【0020】

尚、ガス通路 5 の断面幅は 0.02 mm となる。この際、ガス通路 5 の断面幅は、0.005 ~ 0.10 mm が好ましい。これは、0.005 mm 未満では加工が困難であり、0.10 mm を超えるとキャリアガスを高速化するために高圧のキャリアガスを用いる必要が生じてしまうからである。

【0021】

ガス通路 5 の上流からは、ガス供給管 18 からキャリアガスが導入される。このキャリアガスには、ガス通路 5 の中途部に位置する各接続管 27 ~ 30 の先端から原料溶液が滴下されるため、この原料溶液がガス通路 5 を通過するキャリアガスに分散される。

【0022】

これにより、ガス通路 5 の下流の終端噴射口 5b から反応管 3 に原料溶液を分散したキャリアガスが噴射され、反応管 3 内を流れる原料溶液を分散したキャリアガスをヒータ 4 で加熱し気化した後、図示を略する薄膜成膜装置へと送り込まれる。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0023】

ところで、上記の如く構成された気化器 1 にあっては、反応管 3 の周囲をヒータ 4 で覆っている構成であるため、反応管 3 の長さに相当する原料溶液を分散したキャリアガスの気化経路長 (反応時間) を長く確保することが困難であり、反応管 3 の外周付近と中心付近とではヒータ 4 の輻射熱による加熱温度に差が生じることと相俟って、原料溶液の種類や分散量等によっては気化器 1 の大きさを変更しないと十分な気化を行うことができないという問題が生じていた。

【0024】

本発明は、上記問題を解決するため、キャリアガスの反応時間を長く確保することができる気化器を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0025】

その目的を達成するため、請求項 1 に記載の気化器は、液体若しくは粉体からなる原料溶液を分散したキャリアガスが上流側から供給される螺旋状の反応管と、該反応管内を通過する原料溶液を分散したキャリアガスを輻射熱で加熱して気化させるヒータとを備えることを要旨とする。

【0026】

請求項 2 に記載の気化器は、前記ヒータが前記反応管の内側に配置されていることを要旨とする。

【発明の効果】

【0027】

本発明の気化器によれば、螺旋状の反応管に液体若しくは粉体からなる原料溶液を分散したキャリアガスが上流側から供給され、反応管内を通過する原料溶液を分散したキャリアガスがヒータの輻射熱により気化されることにより、反応管の経路を長く確保することができるうえ、その内部を通過する際に発生する遠心力により原料溶液を分散したキャリアガスが通過方向と交差する方向に撹拌されることにより満遍なくヒータからの輻射熱による気化が促進される。

【0028】

請求項 2 に記載の気化器によれば、ヒータが反応管の内側に配置されていることにより

、気化器の小型化に貢献することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0029】

次に、本発明の気化器をMOCVD用の気化器に適用し、図面に基づいて説明する。

【0030】

図2は、本発明の気化器を有するMOCVD用の気化システムのシステムブロック図、図1は本発明の気化器の要部を示し、図1(A)は要部の正面図、図1(B)は反応管の断面図である。

【0031】

図2において、10は複数の原料溶液等を気化器101へと供給する供給部である。尚、この供給部10並びに分散器2の構成は図4に示した従来技術と同一であるため、その詳細な説明は省略する。

【0032】

気化器101は、ガス供給管18が接続される分散器2と、分散器2の下流側に連続して接続された反応管103と、反応管103の周囲を覆うヒータ104とを備えている。

【0033】

反応管103は、その中途部が螺旋状に形成されており、例えば、分散器2から図示を略する薄膜成膜装置までの機械的離間距離は従来技術で説明したものと同一距離となっており、気化システム全体の装置の大きさを略同一とすることができる。また、反応管103は、螺旋状に形成されていることにより、分散器2から図示を略する薄膜成膜装置までの距離のうち実質的な反応部分の距離が長く確保されている。

【0034】

ヒータ104は、セラミックヒータなどの棒状のものが反応管103の螺旋部分の中心に略全長に跨って配置されている。尚、ヒータ104を反応管103の内側若しくは外側に位置する螺旋状の管体から構成しても良いし、これらを併用しても良い。

【0035】

このような構成においては、分散部2に接続された各接続管27～30の先端から原料溶液が滴下され、ガス供給管18から導入されたキャリアガスに原料溶液が分散される。

【0036】

これにより、分散部2の下流から反応管103に原料溶液を分散したキャリアガスが噴射され、反応管103内を流れる原料溶液を分散したキャリアガスがヒータ104で加熱されて気化した後、図示を略する薄膜成膜装置へと送り込まれる。

【0037】

この際、反応管103が螺旋状に形成されていることから、図1(B)に示すように、反応管103内ではその搬送方向と交差する方向に遠心力に伴う乱流が発生し、反応管の内側と外側とでキャリアガスが攪拌された状態となり、ヒータ104からの輻射熱により満遍なく気化することができる。

【図面の簡単な説明】

【0038】

【図1】本発明の気化器の要部を示し、(A)は要部の正面図、(B)は反応管の断面図である。

【図2】本発明の気化器を有するMOCVD用の気化システムのシステムブロック図である。

【図3】気化器の分散部の縦断面図である。

【図4】従来の気化器を有するMOCVD用の気化システムのシステムブロック図である。

【符号の説明】

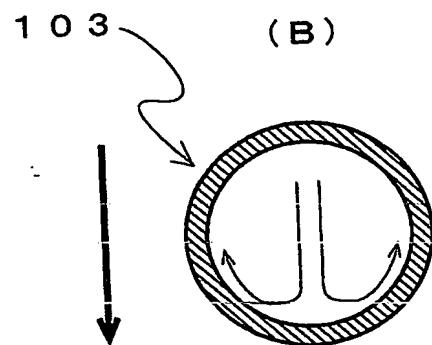
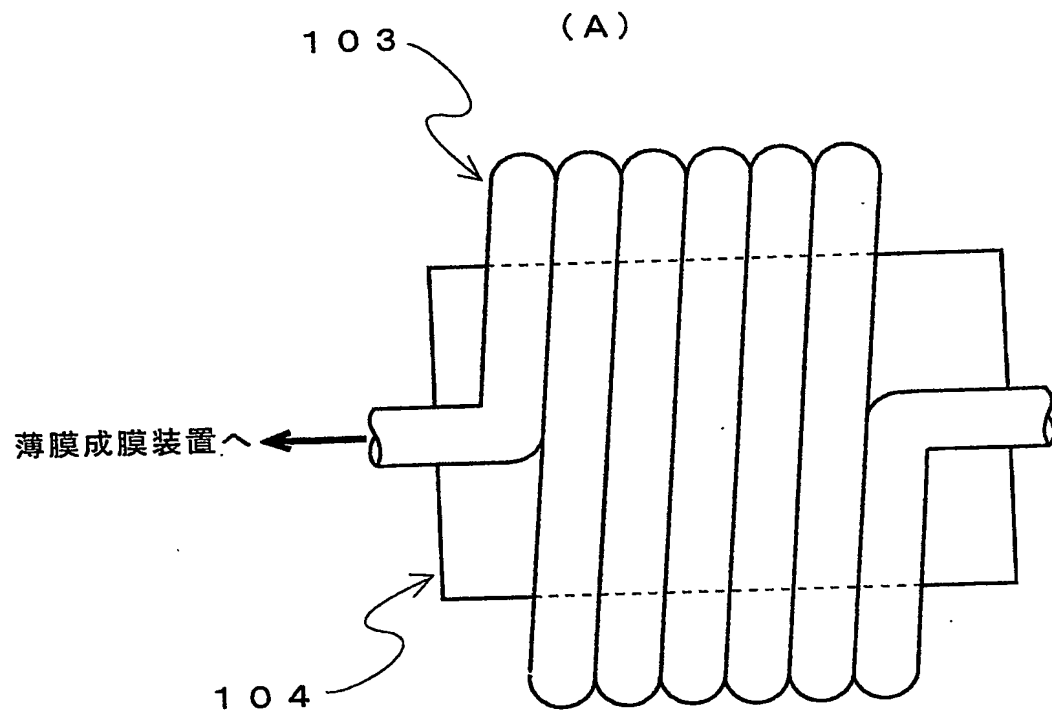
【0039】

101…気化器

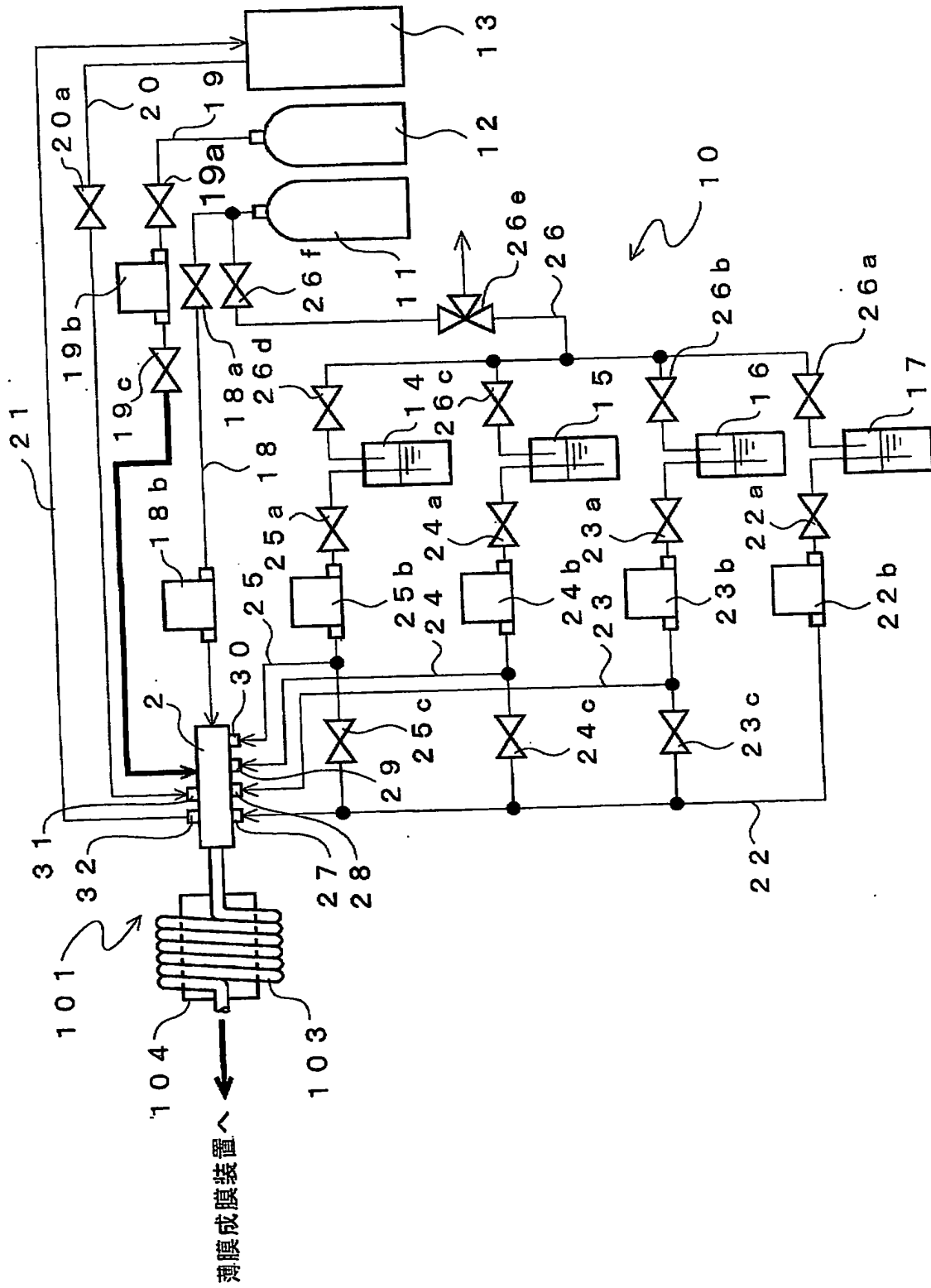
103…反応管

1 0 4 … ヒータ

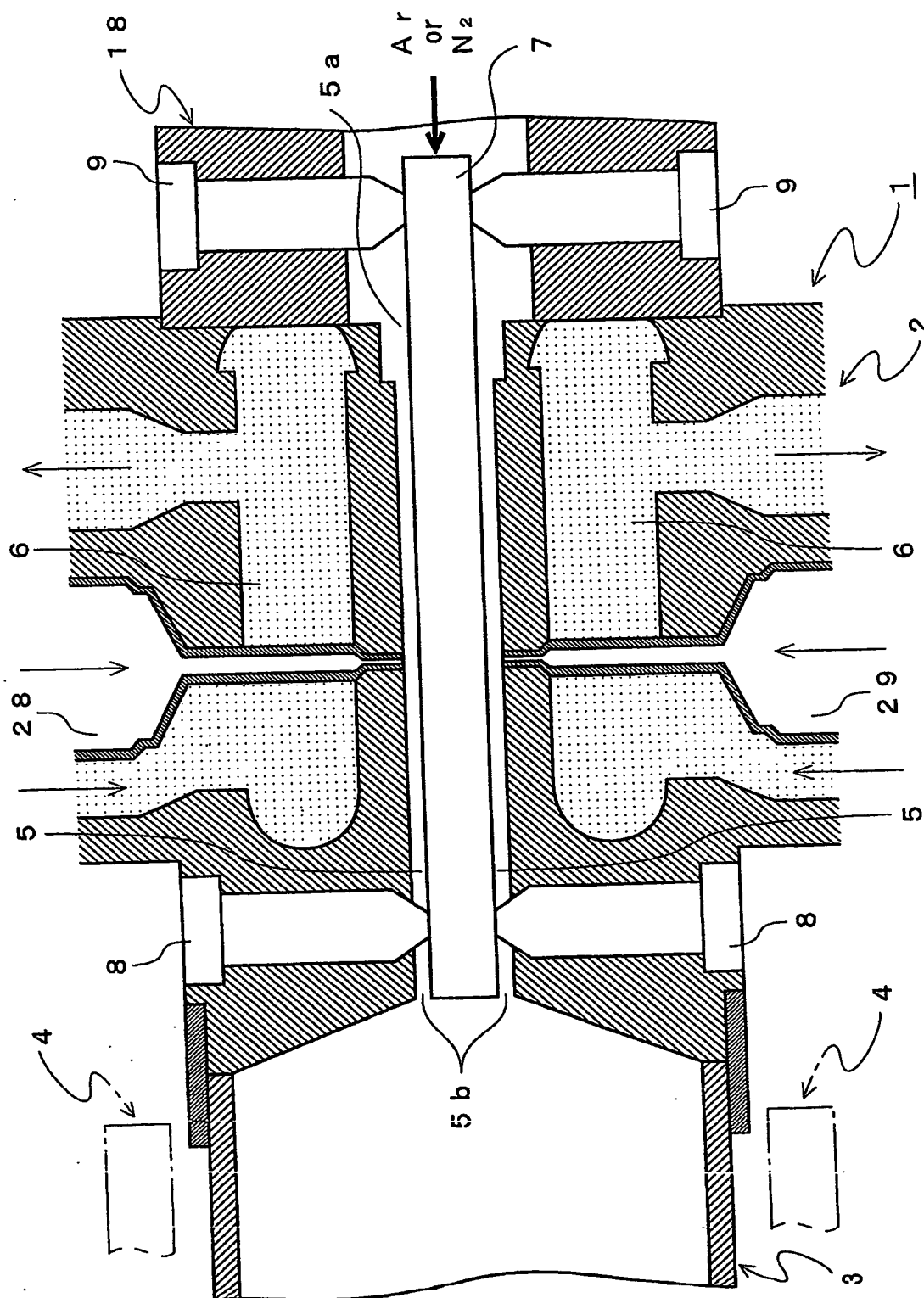
【書類名】 図面
【図 1】



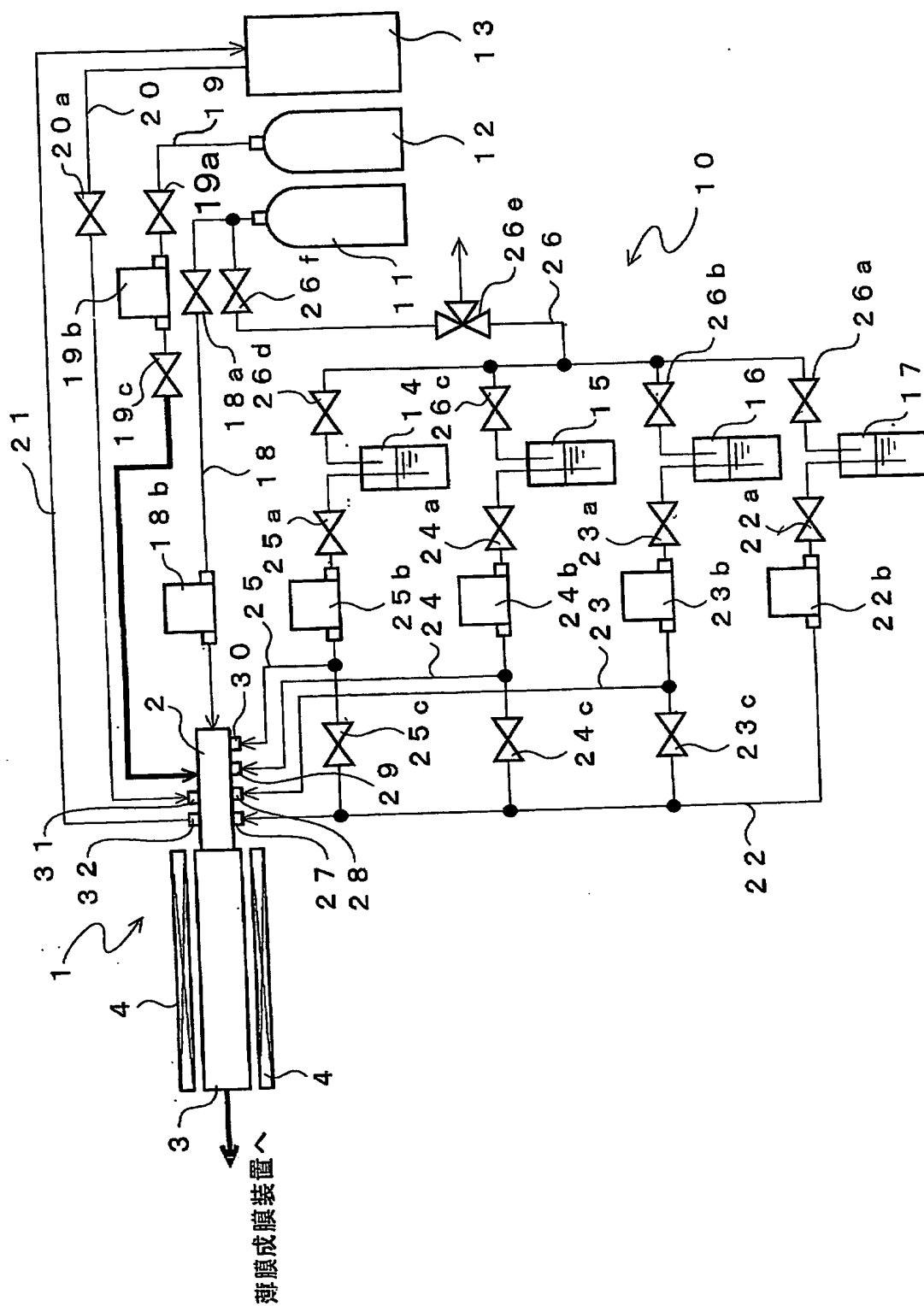
【図2】



【図 3】



【圖 4】



【書類名】 要約書**【要約】**

【課題】 反応管の経路を長く確保することができるうえ、その内部を通過する際に発生する遠心力により原料溶液を分散したキャリアガスが通過方向と交差する方向に攪拌されることにより満遍なくヒータからの輻射熱による気化を促進することができる気化器を提供する。

【解決手段】 螺旋状の反応管 103 に液体若しくは粉体からなる原料溶液を分散したキャリアガスが上流側から供給され、反応管 103 内を通過する原料溶液を分散したキャリアガスがヒータ 104 の輻射熱により気化される。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-335605
受付番号	50301594778
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成15年 9月29日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成15年 9月26日

特願 2003-335605

出願人履歴情報

識別番号

[591277382]

1. 変更年月日

1991年11月16日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都中央区日本橋室町4丁目2番16号

氏 名

株式会社渡邊商行

2. 変更年月日

2004年 2月13日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都中央区日本橋室町4丁目2番16号

氏 名

株式会社渡辺商行

特願 2 0 0 3 - 3 3 5 6 0 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[5 9 6 0 0 5 0 0 1]

1. 変更年月日

1 9 9 5 年 1 2 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

山形県米沢市東 2 丁目 7 の 1 3 9

氏 名

都田 昌之